

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

No. 1

(11)Publication number : 08-295955

(43)Date of publication of application : 12.11.1996

(51)Int.Cl.

C22B 5/02

C22B 34/12

(21)Application number : 07-129428

(71)Applicant : SUMITOMO SITIX CORP

(22)Date of filing : 27.04.1995

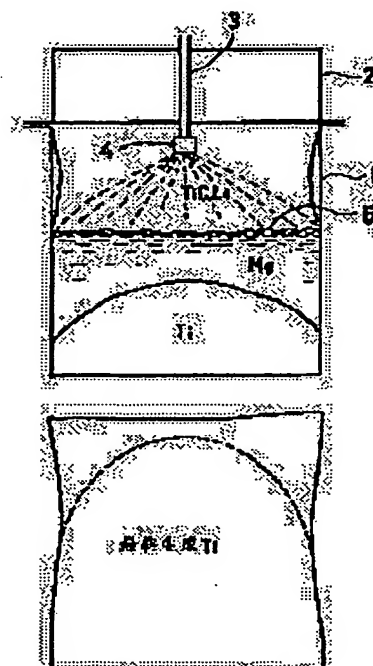
(72)Inventor : ARAIKE TADAO  
SHIMOZAKI SHINJI

## (54) METHOD FOR REDUCING HIGH MELTING POINT METAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To facilitate the temp. control at the time of reducing a high m.p. metal chloride with Mg to form the high m.p. metal, to enhance the reaction efficiency, to lower the bulk density of the formed material and to increase the yield per batch.

**CONSTITUTION:** A liq. chloride introduced into a reaction vessel 1 through a pipe 3 is formed into a fine liq. droplet by a nozzle 4 fixed to the lower end of the pipe 3. The chloride is supplied and dispersed practically over the whole reaction face 5 where the molten Mg is present. The nonuniform reaction is not caused on the reaction face 5, and the reaction face 5 is effectively utilized.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

07.04.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

04.11.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-295955

(43) 公開日 平成8年(1996)11月12日

(51) Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 B 5/02			C 2 2 B 5/02	
34/12	1 0 3		34/12	1 0 3

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-129428

(22) 出願日 平成7年(1995)4月27日

(71) 出願人 000205351

住友シチックス株式会社

兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72) 発明者 荒池 忠男

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

(72) 発明者 下崎 新二

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

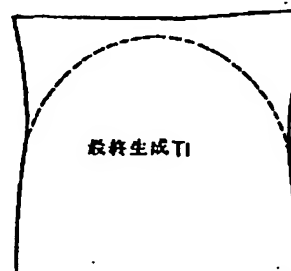
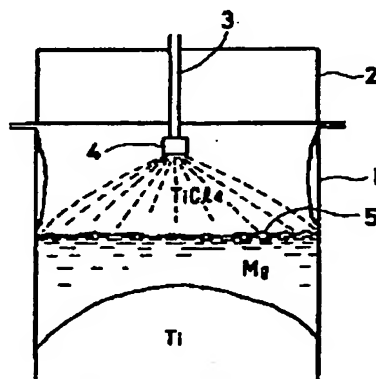
(74) 代理人 弁理士 生形 元重 (外1名)

(54) 【発明の名称】 高融点金属塩化物の還元方法

(57) 【要約】

【目的】 高融点金属の塩化物をMgにより還元して高融点金属を生成する際の温度制御を容易にする。反応効率を高める。生成金属のバルク密度を低下させる。1バッチ当りの生産量を高める。

【構成】 パイプ3により反応容器1内に導入される液状の塩化物を、パイプ3の下端に取付けたノズル4により細かい液滴にする。熔融Mgが存在する反応面5のほぼ全体に前記塩化物を分散供給する。反応面5での反応の偏りが解消し、反応面5が有効利用される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高融点金属の塩化物をMgにより還元して高融点金属を製造する際に、反応容器内に上方から導入される液状の塩化物を、溶融Mgが存在する反応面に分散供給することを特徴とする高融点金属塩化物の還元方法。

【請求項2】 反応容器内の中心部に上方から挿入される塩化物滴下パイプの下端に、内部を通過する塩化物に旋回力を与えて1つの大径流出孔から下方に排出するノズルを取り付け、前記滴下パイプを通して前記ノズルに塩化物を圧送することにより、その塩化物を前記大径流出孔から飛散噴出させることを特徴とする請求項1に記載の高融点金属塩化物の還元方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、スポンジTi等の製造に用いられる高融点金属塩化物のMgによる還元方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 金属Tiの溶製素材として使用されるスポンジTiは、TiCl<sub>4</sub>等のTi塩化物をMgにより還元する方法により製造される。TiCl<sub>4</sub>を用いたMg還元による従来のスポンジTi製造法を図1により説明する。

【0003】 反応容器1内にMgを封入し、これを溶融温度以上に加熱した後、滴下パイプ3により、溶融Mgで満たした反応面5に液状のTiCl<sub>4</sub>を滴下供給する。ここで、滴下パイプ3は、反応容器1の上面開口部を閉止する蓋2の中心部に垂直に取り付けられている。この滴下パイプ3により反応面5の中央部に供給されたTiCl<sub>4</sub>がMgにより還元され、この還元反応が進むことにより、反応容器1内の底面上にスポンジTiが生成して行く。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 このような従来の還元方法によると、反応面の中央部にTiCl<sub>4</sub>が滴下供給されることに関連して、次のような問題がある。

【0005】 TiCl<sub>4</sub>とMgの反応は発熱反応であるため、TiCl<sub>4</sub>の供給される反応面の中央部で局所的な温度異常が生じることがあり、反応容器の外から行う温度制御ではその制御が難しい。

【0006】 反応面の中央部で反応が促進されるため、反応容器1内の底面上に生成するスポンジTiは上方に尖った山形となる。一方、反応面から生じるMg蒸気がTiCl<sub>4</sub>の蒸気と反応して反応面より上方の容器内面にもスポンジTiが生成する。そのため、最終的に得られるスポンジTiの形状は外周面がくびれ上面が窪んだものになる。その結果、1バッチあたりの生産量が制限される。

【0007】 また、スポンジTiの中心部では副生物で

あるMgCl<sub>2</sub>の抜けが悪くなり、バルク密度が上がる。反応面の中央部に反応が偏ることから、反応効率も制限されると考えられる。

【0008】 本発明の目的は、これらの問題点を解決する高融点金属塩化物の還元方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明の方法は、高融点金属の塩化物をMgにより還元して高融点金属を製造する際に、反応容器内に上方から導入された液状の塩化物を、溶融Mgが存在する反応面に分散供給するものである。

【0010】 図2は本発明方法の典型的な例を模式的に示すものである。

【0011】 蓋2の中心部に垂直に設けた滴下パイプ3の下端にノズル4を取り付け、液状のTiCl<sub>4</sub>を細かい液滴にして反応面に分散供給する。ノズル4としては、シャワーノズルのように小さい流出孔を多数設けたものが考えられるが、そのような多孔ノズルは、たとえTiCl<sub>4</sub>を圧送したとしても孔づまりにより短期間で使用不能となるおそれがある。

【0012】 そのため、図3(A)(B)に示すように、圧送されるTiCl<sub>4</sub>をノズル内で旋回させ、ノズル下面に開口する1つの下向きの大径流出孔から遠心力によってTiCl<sub>4</sub>を飛散噴出させる旋回噴出型のものが望ましい。図3(A)に示されたノズルでは、水平な流入路4aを垂直な流出路4bと交差させ、その交差部で流入路4aを流出路4bに対して偏心させることにより、TiCl<sub>4</sub>流に旋回力を与える。また、図3(B)に示されたノズルでは、垂直な流路4cに設けられた螺旋羽根4dによりTiCl<sub>4</sub>流を旋回させる。

【0013】 このような旋回噴出型のノズルを用いると、1つの下向き大径流出孔からTiCl<sub>4</sub>が強制排出されるため、TiCl<sub>4</sub>を分散供給するにもかかわらず、閉塞率が滴下パイプによる場合よりも更に低下する。

【0014】 なお、簡単なものとしては、図3(C)に示すように、外周面の周方向に間隔をあけて比較的小数大径の流出孔をあけたノズル4を使用することもできるし、同様の考えから滴下パイプを複数本に分け、各パイプを分散配置することも可能である。いずれにしても、シャワーノズルのように小さい流出孔を多数設けたものは適当ではない。

## 【0015】

【作用】 本発明の還元方法においては、反応面に塩化物が分散供給されるため、反応面での反応の偏りが緩和され、局所的な温度異常およびバルク密度の増大が避けられるだけでなく、反応効率が上がり、更には最終的に得られるスポンジ金属の表面変形が緩和され、1バッチ当りの生産量も増加する。

【0016】 ここで特に注目すべきことは、生成金属表

面の変形緩和である。図2に示すように、反応面5に塩化物を分散供給することにより、反応容器1内の底面上に生成するスポンジ金属はその上面が平坦化されるが、それだけではなく反応面5より上方の容器内面においてスポンジ金属の生成が抑制され、その結果、最終生成金属の外周面および上面において窪みが著しく減少する。容器内面においてスポンジ金属の生成が抑制される理由は定かでないが、本発明者らは一応、塩化物の分散供給により反応面5からのMg蒸気の上昇が抑制されるためと考えている。

【0017】反応面への塩化物供給範囲は、反応面の全体とすることが最良である。但し、実際の操業では、還元開始から還元終了まで反応面の全体に塩化物を分散供給し続けることは困難である。これは塩化物の分散範囲を一定にしても、還元の進行につれて反応面が上昇し塩化物の供給範囲が狭くなるからである。そのため、還元\*

10

\* 中の各時期において反応面の出来るだけ広い範囲に塩化物が分散供給されるように当初の分散範囲を決定し、更に必要に応じて操業中に操業に支障を来さない範囲内で操業条件を操作することが望まれる。

【0018】

【実施例】以下に本発明の実施例を示し、従来例と比較することにより、本発明の効果を明らかにする。

【0019】TiCl<sub>4</sub>を用いたMg還元により表1に示す条件でスポンジTiを製造する際に、反応容器の中心部に配置された1本のTiCl<sub>4</sub>、滴下パイプの下端に図2(A)(B)に示すノズルを装着し、TiCl<sub>4</sub>を圧送することにより、反応面のほぼ全体にTiCl<sub>4</sub>を分散供給した。

【0020】

【表1】

TiCl <sub>4</sub> の目標供給総量	45,000kg
TiCl <sub>4</sub> の平均流速	0.11~0.13(kg/s)
反応制御温度	1,100~1,200(k)

【0021】いずれのノズルを用いた場合も、ノズルを装着せずパイプからTiCl<sub>4</sub>を滴下供給した場合と比べて次の効果を得ることができた。

【0022】局所的な(主に中心部での)温度異常が減少し、温度制御が容易になった。

【0023】TiCl<sub>4</sub>を圧送することにより、ノズルの流出孔に新鮮なTiCl<sub>4</sub>が常時存在し、これによる自冷効果により、流出孔の閉塞率が5%から2%に減少した。

【0024】最終的に得られるスポンジTiの外周面のくびれが小さくなり、上面の窪みも小さくなった結果、1バッチ当りの生産量が平均で1.1Tから1.3Tに3%増大した。

【0025】反応面の有効利用により、生成速度を平均で37.5T/M・Fから40T/M・Fへ約7%向上させることができた。

【0026】生成するスポンジTiの中心部においても副生物であるMgCl<sub>2</sub>の除去が促進され、その結果バルク密度が平均で1.6から1.55へ低下した。

【0027】

【発明の効果】以上に説明した通り、本発明の高融点金

属塩化物の還元方法は、溶融Mgが存在する反応面に塩化物を分散供給することにより、温度制御を容易ならしめると共に、反応効率を高め、更にバルク密度を低下させることができる。その上、生成金属の形状を整え、1バッチ当りの生産量を高めることもできる。

【0028】滴下パイプの下端に旋回噴出型のノズルを取り付け、そのノズルに塩化物を圧送する場合は、塩化物を分散供給するにもかかわらず、滴下パイプからの滴下供給の場合よりも更に閉塞率が低下する。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の還元方法を示す模式図である。

【図2】本発明の還元方法の1例を示す模式図である。

【図3】本発明の還元方法に好適に使用されるノズルの形状を示す模式図である。

【符号の説明】

- 1 反応容器
- 2 蓋
- 3 滴下パイプ
- 4 ノズル
- 5 反応面

40

【図3】

